

平成27年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	信州大学大学院 理工学系研究科 電気電子工学専攻 修士2年
研修テーマ	微細加工による金属ナノ構造作製と FIB・TEM による構造解析
研修先	北海道大学
受入担当者	笹木 敬司 教授、大塚 俊明 名誉教授、松尾 保孝 准教授
研修期間	7月30日(木)~8月7日(金)
研修内容	<p>本研修では、「金属の微細加工から各電子顕微鏡による分析手法までの一連の基礎技術の習得」を目的としている。主な研修内容を以下にまとめる。</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. 電子ビーム (EB)描画装置を用いた銀ナノワイヤーへの電極作製 2. 収束イオンビーム走査電子顕微鏡 (FIB-SEM)を用いた多層カーボンナノチューブ (CNT)への電極作製 3. 収束イオンビーム加工観察装置 (FIB)を用いたシリコン (Si)の微細加工 4. 走査透過電子顕微鏡 (STEM)を用いた金属の微細構造解析及び、エネルギー分散型 X 線分析 (EDX)を用いた元素分析 5. 高分解能透過型電子顕微鏡 (HR-TEM)を用いた多層 CNT の微細構造観察
研修の成果等	<p>本研修により、<u>EB 描画装置、FIB-SEM 及び FIB の基本的な運用法を習得し</u>、金属の微細加工技術の基礎を学んだ。また、<u>STEM や HR-TEM を用いてミクロン~ナノサイズの構造物を観察することで、STEM や HR-TEM の原理及び操作技術を習得</u>することができた。以下に詳細を示す。</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. EB 描画装置を用いて、<u>銀ナノワイヤーに対し幅 5 μm 程度の金電極を作製した (Fig. 1)</u>。EB 描画・現像・成膜・リフトオフ等の一連の流れを体験し、EB 描画を用いたトップダウンリソグラフィ技術を習得することができた。 <div data-bbox="536 1261 1270 1590" data-label="Image"> </div> <p style="text-align: center;">Fig. 1 EB 描画装置を用いた銀ナノワイヤーへの電極作製</p> <ol style="list-style-type: none"> 2. FIB-SEM 中 (SEM モード)でタンゲステンを蒸着させ、<u>多層 CNT に対し 4 端子 (Fig. 2 (a))及び 2 端子 (Fig. 2 (b))の電極を作製した</u>。FIB-SEM の操作技術及び CNT 1 本に電極を作製する技術を習得した。 3. エッチング及び成膜により加工された Si の表面観察を行うために、FIB を用いて <u>Si を薄膜化し STEM 用の試料を作製した</u>。

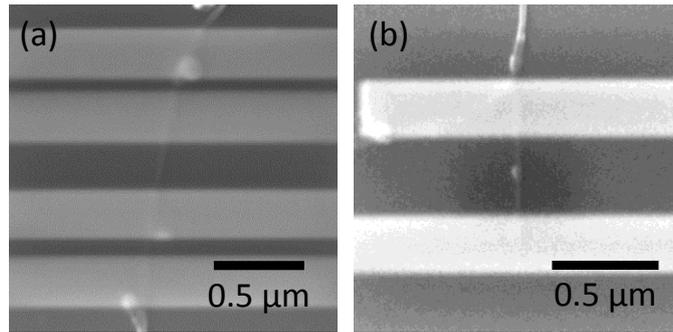
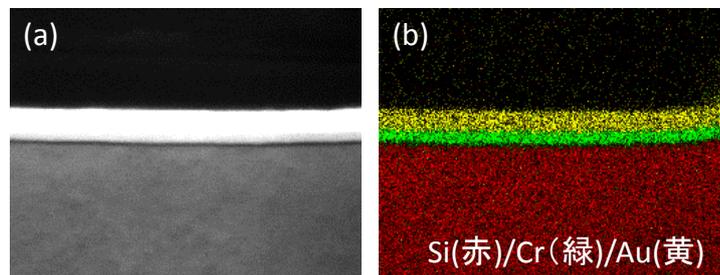


Fig. 2 FIB-SEM を用いた CNT への電極作製 (a)4 端子 (b)2 端子

4. 3.で薄膜化した Si に対し、STEM を用いて微細構造観察を行った。また、EDX を用いて構成元素を同定し、カラーマッピングにより分布を示すことができた (Fig. 3)。



**Fig. 3 STEM 観察像及び EDX による元素分析
(a)STEM 像 (b)各元素におけるカラーマッピング**

5. 多層 CNT に対し、HR-TEM を用いて微細構造観察を行った。多層 CNT の中空構造に内包されているリニアカーボンチェーン (Linear Carbon Chain: LCC) を観察することができた (Fig. 4)。

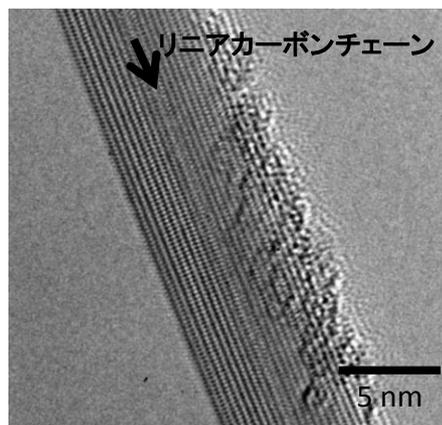


Fig. 4 高分解能 TEM を用いた LCC 内包多層 CNT の微細構造観察

本研修により金属微細加工技術及び電子顕微鏡による分析技術を習得した。自分の研究に応用し、LCC 内包多層 CNT (Fig. 4) 1 本に対する電極作製及び電気伝導メカニズムの解析ができると考えており、現在まで困難とされてきた LCC の基礎物性評価及びデバイス特性評価において飛躍的な発展が見込まれる。

平成27年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	香川大学大学院工学研究科知能機械システム専攻 修士1年
研修テーマ	微細加工による金属ナノ構造作製と FIB・TEM による構造解析
研修先	北海道大学
受入担当者	笹木敬司教授、大塚俊明教授、松尾保孝准教授
研修期間	2015年7月30日～2015年8月7日
研修内容	<p>本研修では、微細加工分野と微細構造解析分野の二つの分野を研修テーマとしており、微細加工から各種電子顕微鏡による分析手法までの一連基礎技術の習得を行った。微細加工分野では、EB 描画装置に内蔵されている SEM によって光学顕微鏡では観察が困難なナノワイヤーを観察し、ワイヤー端に EB リソグラフィ技術を用いて電極を取り付けた。微細構造解析分野では、FIB によって EDS 観察試料の作製、EDS による試料の元素分析、カーボンナノチューブに FIB を用いての電極取り付け、TEM によるカーボンナノチューブの観察を行った。</p>
研修の成果等	<p>自身の研究が微細加工よりの研究を行っているためここでは微細加工分野の成果について示す。まず微細加工分野の研修ではナノワイヤー端に電極を取り付けるため EB 描画装置のアライメント描画機能と金属ナノ構造作製技術であるリフトオフ法を用いた。EB 描画装置のアライメント機能を使用する際に基板とナノワイヤーの位置関係を調べるためのマークを作製する。作製するマークの中心座標を検出し、基板との位置関係を調べるため作製するマークに中心が検出しやすいような工夫がなされている。本機能を用いることによって光学顕微鏡で観察が困難なナノワイヤー端に設計値の数十 nm 単位の誤差で電極を取り付けることに成功した。また自身の研究テーマで作製している金属ナノ構造のパターンが良好に作製できない問題があったため研修中、実際に EB 描画装置を用いてパターンの描画を行い、リフトオフ法によって構造の作製を行った。これにより金属の膜厚、EB レジストの膜厚を工夫することによって構造が作製可能であることが分かった。次に微細構造解析分野では、各種電子顕微鏡を用いてナノ構造、成分の評価を行った。FIB を用いた微細加工のことは知っていたが実際に使用したことがなく先行研究にも FIB が用いられているため興味があった。本研修で観察試料の作製や電極の作製を実際に行うことによって自身の研究に対する理解が深まった。FIB で作製した試料を EDS によって元素分析を行ったことで自身の研究でも EDS を使用する機会があるのではないかと感じた。また普段使用する機会がない TEM を用いてカーボンナノチューブの観察などを行いより広い知識を得られた。本研修では自身の研究テーマのことはもちろん他分野のことまで幅広く知識を得られたと思う。</p>

平成27年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	長岡技術科学大学 物質材料工学専攻 1年
研修テーマ	FIBによる試料作製とTEMによる観察・分析
研修先	NIMS AIST
受入担当者	NIMS 竹口 雅樹、AIST 多田 哲也
研修期間	9月7日～9月11日
研修内容	<p>FIB（集束イオンビーム）を用いて、MOSFETのゲート部分を両支持の断面TEM観察用試料に加工し、TEM（電子透過型顕微鏡）で断面を観察した。</p> <p>EDS、EELSを用いて、組成分析を行った。</p>
研修の成果等	<p>FIB（集束イオンビーム：Focused Ion Beam）とTEM（透過型電子顕微鏡 Transmission Electron Microscope）の原理を学んだ。</p> <p>FIBの基本的な操作方法を二日間の実習を通して学んだ。また、実際に操作して断面TEM観察用試料を作製した。</p> <p>FIBで加工した試料をTEMを用いて観察した。基本的な操作方法を学び、実際に操作することで、原理や仕組みをより深く理解することができた。TEMでは、高分解能、明視野・暗視野での観察、EDS（エネルギー分散型X線分析：Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy）とEELS（電子エネルギー損失分光法：Electron Energy-Loss Spectroscopy）による分析を行い、ゲート部分の分析を詳しく行った。</p> <p>今回の研修にて、FIBとTEMを用いて可能なことがわかったため、今後自分の研究で有効に活用していきたい。</p> <p>また、研修で携わったNIMS、AIST、ナノプラの方々、他学生の方々との交流は、何物にも代えがたい大きな財産になった。</p> <p>大学に戻って、この経験を身の回りの人たちに広めていきたい。</p>

平成27年度ナノテクノロジープラットフォーム学生研修プログラム参加報告書

所属・学年	徳島大学 先端技術科学教育部 知的力学システム工学専攻 機械創造システム工学 コース 博士前期課程 1年
研修テーマ	FIBによる試料作製とTEMによる観察・分析の研修
研修先	物質・材料研究機構, 産業技術総合研究所
受入担当者	竹口 雅樹 (物質・材料研究機構), 多田 哲也 (産業技術総合研究所)
研修期間	平成27年9月7日~11日
研修内容	集束イオンビーム(Focused Ion Beam: FIB)のマイクロサンプリング法によりSiの集積回路から断面試料を作製した。そして、透過電子顕微鏡(Transmission Electron Microscopy: TEM)で断面観察を行った。本研修で使用したTEMは電解放出型(Field Emission: FE)であった。また、TEMに付随している分析装置や様々な手法で構成元素を明らかにした。
研修の成果等	<p>サンプルはAIST-NPFに用意していただいた、Siのフロントエンドである。そのサンプルのpチャンネルトランジスタの部分から断面TEM試料を作製した。試料作製法はFIBのマイクロサンプリング法を採用した。使用したFIBは日立ハイテク製FB-2100(低加速電圧対応)である。私自身も普段からFIBのマイクロサンプリング法で断面TEM試料を作製しているが、私の手法では今後の研究を進めるうえで問題があった。具体的にはグリッドのピラーに試料を付けるため、試料が薄くできないこと、ピラーが邪魔になるため、ダメージ層除去のArイオンミリングができないことである。</p> <p>本研修で教えていただいた手法で断面TEM試料を作製するとそれらの問題点を克服できることが明らかとなった。また、ダメージ層の除去にArイオンミリングではなくFIB低加速電圧加工を提案していただき、研修の試料でも実践した。FIB低加速電圧加工はArイオンミリングよりも非常に手軽であるため、すぐにでも取り入れたい。</p> <p>そして、作製した断面TEM試料をFE-TEMで観察した。使用したTEMは日本電子製JEM-2100Fである。そして、特性X線分光法(Energy Dispersive Spectroscopy: EDS)及び電子線エネルギー損失分光法(Electron Energy Loss Spectroscopy: EELS)を用いてpチャンネルトランジスタの構成元素を明らかにした。本研修で使用したTEMは私が利用しているものと同機種である。私の大学では学生がTEMを操作することは許可されていないので、本研修で同機種のTEMを操作できたことは率直に嬉しく、非常に良い経験となった。</p> <p>今回、研修を受け入れてくださった、AIST-NPFとNIMS電顕ステーションの方々、また学生研修プログラムを開催していただいたナノテクノロジープラットフォームの方々には心より厚く御礼申し上げます。</p>

				SHIM				AFM	
		2015	8	31	2015	9	4		
	8/31 ()	SHIM			SHIM				
		HOPG							
	9/1 ()	SHIM							
		SE		RBI	()		
	9/2 ()	SHIM							
		AFM							
	9/3 ()	AFM			AFM				
	9/4 ()	AFM							
		SHIM							
				HOPG		SE		RBI	
									Flood gun
		(Pt)			AFM			200nm	
		AFM							
				(AS100P-D)		1.4um		100nm	